

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-257733

(P2002-257733A)

(43) 公開日 平成14年9月11日 (2002.9.11)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	デフォルト* (参考)
G 0 1 N 21/73		G 0 1 N 21/73	2 G 0 4 3
	27/62	27/62	G
H 0 5 H 1/00		H 0 5 H 1/00	A

審査請求 未請求 請求項の数19 O L 外国語出願 (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2001-380734(P2001-380734)
 (22) 出願日 平成13年11月7日 (2001.11.7)
 (31) 優先権主張番号 0 0 4 0 3 1 3 9 . 9
 (32) 優先日 平成12年11月10日 (2000.11.10)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (E P)

(71) 出願人 501226918
 ジョバン イボン ソシエテ アノニム
 JOBIN YVON S. A.
 フランス国 ロングジュモー 91160 リ
 ュ デュ カナル 16-18
 (72) 発明者 右近 寿一郎
 フランス国 パリ 75013 アビニユ
 ド ラセール ロザリ 8
 (72) 発明者 イベス ダンテス
 フランス国 ラ ノルビレ 91290 リュ
 エス, アレンデ 40
 (74) 代理人 100074273
 弁理士 藤本 英夫

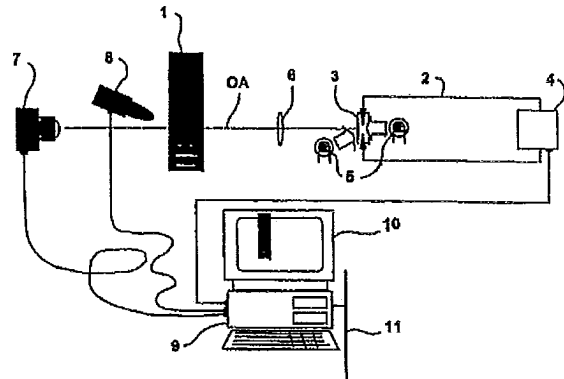
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プラズマ・スペクトロメーターにおけるプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法、及びそのような方法を実行するスペクトロメーター

(57) 【要約】

【課題】 プラズマ・スペクトロメーター、例えば、プラズマ光学放射スペクトロメーター又は原子スペクトロメーター (ICP-OES又はICP-MS) におけるプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法、及びそのような方法を実行するスペクトロメーターに関する。

【解決手段】 プラズマ・スペクトロメーターにおけるプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法であって、ビデオカメラ7を介してプラズマの画像データを獲得し、(a) 獲得された画像データからのプラズマの画像をディスプレイ装置10の上に表示し、及び／又は (b) 画像データをコンピュータ・ユニット9の中に記憶することを含む。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 プラズマ・スペクトロメーターにおけるプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法であつて、

プラズマの画像データを獲得し、

(a) 画像データからのプラズマの画像をディスプレイ装置の上に表示し、及び／又は

(b) 画像データを、測定されたデータと一緒にコンピュータ・ユニットの中に記憶することを含む方法。

【請求項 2】 画像データが、強度の画像、強度の輪郭、色の輪郭、強度のアウトライン、前記画像データの時間ベースの変動を得るように処理され、プラズマの最適条件データ・セットと比較される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】 プラズマ・スペクトロメーターが光学放射スペクトロメーターである、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】 スペクトロメーターが入射スリットを有し、スペクトロメーター入射スリットの画像データが獲得され、入射スリットの画像が、プラズマ画像と同時に、獲得された入射スリットの画像データからディスプレイ装置上に表示され、及び／又は獲得された入射スリット画像データが、プラズマ画像データと同時に、コンピュータ・ユニットの中に記憶される、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】 プラズマがラジアル方向のプラズマである、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】 プラズマがアキシャル方向のプラズマである、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】 スペクトロメーターが光学放射スペクトロメーターである、請求項 1 から 6 のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】 スペクトロメーターが質量スペクトロメーターである、請求項 1 から 3 及び 6 のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】 更に、プラズマ音データを獲得し、登録されたプラズマ音データからプラズマ音をディスプレイ装置上に再生し、及び／又はプラズマ音データをコンピュータ・ユニットの中へ記憶することを含む、請求項 1 から 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】 ディスプレイ装置及び／又はコンピュータ・ユニットが、スペクトロメーターから遠隔の場所に置かれている、請求項 1 から 9 のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】 プラズマ生成装置 (1) のエンクロージャに取り付けられたビデオカメラ (7) を含むプラズマ・スペクトロメーターであつて、前記ビデオカメラ

(7) は、ビデオカメラを介して得られたプラズマ画像データを表示及び／又は記憶するため、ディスプレイ装置 (10) 及び／又はコンピュータ・ユニット (9) へ

結合されているスペクトロメーター。

【請求項 12】 プラズマがラジアル方向のプラズマである、請求項 11 に記載のスペクトロメーター。

【請求項 13】 スペクトロメーター検出装置 (2) の入射スリット (3) の画像データが、ビデオカメラ

(7) を介してプラズマ画像データと同時に得られる、請求項 12 に記載のスペクトロメーター。

【請求項 14】 ビデオカメラ (7) が、スペクトロメーターの光学軸に関してアキシャル方向に位置している、請求項 12 又は 13 に記載のスペクトロメーター。

【請求項 15】 プラズマがアキシャル方向のプラズマである、請求項 11 に記載のスペクトロメーター。

【請求項 16】 ビデオカメラが、スペクトロメーターの光学軸に関して垂直方向にある、請求項 15 に記載のスペクトロメーター。

【請求項 17】 スペクトロメーターが光学放射スペクトロメーターである、請求項 11 から 15 のいずれかに記載のスペクトロメーター。

【請求項 18】 スペクトロメーターが質量スペクトロメーターである、請求項 16 に記載のスペクトロメーター。

【請求項 19】 更に、プラズマ音データを獲得するため、プラズマ生成装置 (1) のエンクロージャに固定されたマイクロフォンを含み、前記マイクロフォンは、プラズマ音データの記憶及び／又は処理を行うため、コンピュータ・ユニット (9) へ結合されている、請求項 11 から 18 のいずれかに記載のスペクトロメーター。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、プラズマ・スペクトロメーター、例えば、プラズマ光学放射スペクトロメーター又は原子スペクトロメーター (ICP-OES 又は ICP-MS) におけるプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法、及びそのような方法を実行するスペクトロメーターに関する。

【0002】

【従来の技術】 例えば、特に誘導結合された高周波プラズマ光学放射スペクトロメーター (ICP-OES) のようないわゆる「プラズマ光学放射スペクトロメーター」、又は例えば質量スペクトロメーター、特に誘導結合された高周波プラズマ質量スペクトロメーター (ICP-MS) のような原子スペクトロメーターを使用して材料のサンプルを分析することは、ごく普通に行われている。

【0003】 これらの装置の全てにおいて、分析される材料サンプルのプラズマが得られ、プラズマによって生成された光又はプラズマ中で形成された化学種が、光学放射スペクトロメーター又は質量スペクトロメーターを介して分析される。

【0004】 分析の正確性は、プラズマの状態、及びそ

の生成条件に大きく依存する。

【0005】プラズマの状態とは、例えば、特にスペクトロメーターの入射スリットに対するプラズマ位置、プラズマの形状及び／又は輪郭、プラズマの強度及び／又は色、及び特にプラズマの最も強い部分の位置、及びこれら特性の変動のようなプラズマの物理特性を意味する。

【0006】特に、プラズマの位置及びプラズマの形状及び／又は輪郭は、スペクトロメーターの分析パフォーマンスに大きな影響を与える。

【0007】これらのパラメータが安定である限り、同じパフォーマンスが得られる。しかし、これらのパラメータはプラズマトーチ構造及びガス給送レートによって影響される。それは、スペクトロメーターが異なると、同じタイプであっても、また、同じ給送条件であっても、プラズマ特性が大きく変動することを意味する。

【0008】現在、条件が変化したとき、作業者は機器の前に立って、トーチボックスの中のプラズマを観察し、通常、プラズマが最適条件にあるかどうかを目で見て決定しなければならない。

【0009】更に、プラズマの安定性は、分析データの正確性に影響を与える。幾つかのスペクトロメーターは、目盛りに関連づけられるかモータ付きプラズマトーチホルダと一緒に使用されるトーチ搭載の位置を示すための手段を備えている。しかし、目盛り又はモータ付きホルダの位置は、常にプラズマの位置を指示するとは限らない。更に、プラズマトーチの変動を、ホルダ位置から監視することはできない。従って、分析データの変動が、プラズマ変動によって生じたものと判断される場合でも、それを示す証明が存在しない。

【0010】前述したように、スペクトロメーターの入射スリットに関連するプラズマ位置は、分析のパフォーマンスに深く影響する。今まで、プラズマ位置を考慮してスペクトロメーターの入射スリット位置を決定する手段は存在していないので、分析結果をレビューする場合に観察位置を考慮することができない。

【0011】プラズマの形状は、ガス給送条件及びトーチ構造によって影響を受ける。

【0012】更に、プラズマの形状は、分析のパフォーマンスに影響を与える。給送ガス条件は、多くの場合、同じ条件と一緒に後で分析するため、又は後のデータ・レビューのため、測定条件として記憶される。しかし、プラズマトーチが取り替えられたとき、トーチ構造の小さな変化により、最適化のためにガス条件が変更されるかも知れない。最適化された条件におけるプラズマ画像の記録が存在しないので、前のプラズマ条件を再生する方法は存在しない。

【0013】最後に、作業者が、プラズマについて或るトラブル、例えば、位置又は形状の変動、又は異常な音の生成を検出したとき、プラズマ画像の存在なしに状況

を製造業者へ説明することは殆ど不可能である。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、プラズマ光学放射スペクトロメーター又は質量スペクトロメーター内のプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法であって、従来技術の欠点を克服した方法を提供することである。

【0015】更に、本発明は、プラズマ状態監視及び／又は制御方法を実行する手段を組み込んだプラズマ・スペクトロメーターに関する。

【0016】

【課題を解決するための手段】前記の目的は、プラズマ・スペクトロメーター内のプラズマの状態を監視及び／又は制御する方法であって、プラズマの画像データを獲得し、(a) 獲得された画像データからのプラズマの画像をディスプレイ装置上に表示し、及び／又は(b) 画像データをコンピュータ・ユニットの中に記憶することによって、本発明に従って達成される。

20 【0017】スペクトロメーターは、光学放射スペクトロメーター(OES)又は質量スペクトロメーター(MS)であってよく、特に誘導結合された高周波プラズマ光学放射スペクトロメーター又は質量スペクトロメーターであってよい。

【0018】本発明のプロセスの好ましい実施形態においては、監視装置を介してプラズマ音も記録及び監視され、及び／又は音データとしてコンピュータの中央ユニットの中に記憶される。

30 【0019】本発明において、プラズマの状態、例えば、プラズマの位置、プラズマの形状及び輪郭、プラズマの強度及び／又は色は、同じ監視装置、例えば、コンピュータ・ユニットの監視画面の上でオンラインで監視及び表示させることができる。二者択一的又は同時に、プラズマ画像データは、測定されたデータと一緒にコンピュータ・ユニットのメモリの中に記憶して処理させることができる。画像データの処理は、強度の画像、強度の輪郭、色の輪郭、強度のアウトライン、及び画像データの時間ベースの変動の取得を含んでよい。従って、プラズマの画像データ及び測定データは、後で容易にレビューされることができる。更に、プラズマ画像データ及びプラズマ測定データは、プラズマを遠隔場所から監視することができるように、遠隔場所へ送ることができる。

50 【0020】これは、プラズマ音を記録する場合でも同じである。更に、画像データは、最適データ・セットを確立するため、コンピュータ・ユニットを介して処理することができる。例えば、画像データは、アウトライン形状、及び強度、色分析、及び光度分析、例えば、プラズマの輪郭を使用して、プラズマ内の最も強い位置を得るように処理することができる。

【0021】本発明の方法は、分析結果の継続的オンライン監視及び／又は分析結果の継続的オンライン記憶を可能にする。従って、画像分析に基づくプラズマ画像特性の変動、例えば、最も強い位置の変動又はプラズマ形状の変動を、計算及び表示及び／又は記憶することができる。同様に、プラズマ音は、一度記録されると、もし必要ならば、例えば、周波数分布又は時間領域周波数分布の変化を決定するため、処理することができる。

【0022】この情報の全ては、プラズマが必要な条件にあるかどうかを正規の分析で即時に決定するため、又は最適プラズマ条件を後でセットアップするため、作業者が使用することができる。

【0023】スペクトロメーターが光学放射スペクトロメーターであるとき、周知のように、プラズマは、スペクトロメーターの光学軸に関して2つの異なった方位に配置されてよい。通常、これらの方位は、ラジアルプラズマ及びアキシシャルプラズマと呼ばれる。ラジアルプラズマは、プラズマがスペクトロメーターの光学軸に関して垂直方向であり、スペクトロメーターの検出装置によって横方向で観察されることを意味する。言い換えれば、スペクトロメーターの光学軸、実際には、スペクトロメーターの検出装置の光学軸は、プラズマ方向に対して垂直である。

【0024】他方では、アキシシャルプラズマは、プラズマが水平方向にあり、スペクトロメーターの検出装置によってアキシシャル方向で観察されることを意味する。言い換えれば、プラズマは、スペクトロメーターの検出装置の光学軸に沿ってアキシシャル方向を向いている。

【0025】プラズマがスペクトロメーターの光学軸に関して垂直方向に向いているラジアルプラズマの場合、プラズマの撮像は、例えば、ビデオカメラをスペクトロメーターの光学軸と整列させて配置することによって、光学軸と整合するように行われる。従って、プラズマはビデオカメラの焦点に置かれる。その場合、スペクトロメーターの検出装置の入射スリットも、ビデオカメラによって観察され、プラズマと同時にビデオカメラによって撮像されることができる。後者の場合、スペクトロメーターの検出装置の入射スリットは、プラズマにフォーカスされ、またビデオカメラの焦点に置かれる。

【0026】好ましくは、より良好に撮像するため、入射スリットは照明されることができる。入射スリットの照明は、例えば、スペクトロメーター検出装置のモノクロメータの内部又は外部にあるランプを使用することによって、外部又は内部から行われることができる。

【0027】アキシシャルプラズマの場合、プラズマの撮像は、スペクトロメーター検出装置の光学軸に垂直な方向で行われる。

【0028】その場合、もちろん、スペクトロメーター検出装置の入射スリットの撮像は、明らかに不可能である。

【0029】これは、特に、スペクトロメーターが質量スペクトロメーターであって、プラズマ内で生成された化学種が検出装置へ入らなければならない場合にそうである。

【0030】前述したように、プラズマ音の記録は、プラズマ・エンクロージャの中に配置及び固定されたマイクロフォンによって行われることができる。マイクロフォンは、プラズマ音の良好な記録を得ることのできるエンクロージャ内の任意の位置に置かれてよい。特に、マイクロフォンは、最終的には、ビデオカメラに組み込まれてよい。

【0031】更に、本発明は、前述の方法を実行するプラズマ・スペクトロメーターに関する。このプラズマ・スペクトロメーターは、プラズマ、好ましくは、誘導結合された高周波プラズマのエンクロージャに固定されたビデオカメラを含む。このビデオカメラは、プラズマを撮像し、及び／又はプラズマ画像データを記憶するためディスプレイ装置及び／又はコンピュータ・ユニットへ結合される。

【0032】スペクトロメーター内のプラズマがラジアルプラズマ又はアキシシャルプラズマである事実に依存して、ビデオカメラは、スペクトロメーターの光学軸に関してアキシシャル方向又は垂直方向に配置される。しかし、カメラの光学軸は、プラズマ軸に対して常に垂直である。ビデオカメラがラジアルプラズマ・スペクトロメーターの光学軸の上でアキシシャル方向に配置される場合、プラズマ及びスペクトロメーターの入射スリットを同時に撮像する可能性が存在する。

【0033】そのような場合、入射スリット及びプラズマは、整合位置に置かれるので、スリットの画像を観察及び記録することができる。プラズマがオンにされたとき、入射スリットの記録された画像を、監視されたプラズマ画像の上に重ねることによって、プラズマ内のスリット位置を観察することができ、それによって、プラズマ内の分析位置を確かめることができる。明らかに、重ねられた画像は、以後のデータ・レビューのために分析データとして記録されることもできる。

【0034】プラズマの位置及びプラズマの形状は、スペクトロメーターの分析パフォーマンスに影響を与える。それらのパラメータが安定である限り、同じパフォーマンスを得ることができる。しかし、それらのパラメータは、プラズマトーチの構造及びガスの給送レートによって影響される。

【0035】スペクトロメーターが異なったものであるとき、同じ形式であっても、また同じ給送条件であっても、プラズマ特性は常に類似しているとは限らない。本発明の方法及びスペクトロメーターの場合、プラズマの画像データは、表示及び／又は記憶されることができる。これは、2つの異なったプラズマ画像又はプラズマ画像データの比較を可能にする。従って、プラズマのた

めに最良の画像又は最良の画像データが記録された後、プラズマトーチが取り替えられたとき、又は他の器械がスペクトロメーターに取り付けられたとき、新しい設定パラメータを容易に得て、それらのパラメータが、表示又は記録された最適画像特性に従ってプラズマの同じ形状、輪郭、強度、及び位置を再生するようにすることができる。

【0036】プラズマ音の記録の場合も同様である。

【0037】

【発明の実施の形態】これから、本発明を図面と関連させて説明する。図1は、本発明に係るラジアル形式の誘導結合高周波プラズマ光学放射スペクトロメーターの略図である。図2は、本発明に係るアキシャル形式の誘導結合高周波プラズマ光学放射又は質量スペクトロメーターの略図である。

【0038】図1を参照すると、そこには、本発明に係る誘導結合高周波プラズマ光学放射スペクトロメーターの略図が示される。典型的なスペクトロメーターは、プラズマ生成装置1及び検出装置2を含む。検出装置2は、検出器4へ光学的に結合された入射スリット3を含む。図1に示されたスペクトロメーターは、ラジアルプラズマ形式であって、プラズマ装置1の中で生成されたプラズマは、スペクトロメーター検出装置の光学軸(OA)に垂直に配向される。通常のように、検出装置はプラズマ1の上にフォーカスされる。典型的には、リレーレンズ6は、プラズマと、検出装置2の入射スリット3との間に置かれる。本発明に従えば、ビデオカメラ7はプラズマ装置のエンクロージャに固定され、カメラのレンズはスペクトロメーター検出装置の光学軸OAと整列し、プラズマ1はビデオカメラ7の焦点に存在する。そのような構成では、ビデオカメラ7は、プラズマ及びスペクトロメーター検出装置2の入射スリット3の双方を撮像することができる。

【0039】スペクトロメーター検出装置2の入射スリット3の撮像を改善するため、ランプ5が検出装置の内部又は外部に置かれ、入射スリット3を照明してよい。更に、マイクロフォン8が、プラズマ生成装置1のエンクロージャにおけるプラズマ音の記録を可能にする位置へ取り付けられる。ビデオカメラ7及びマイクロフォン8の双方は、コンピュータ・ユニット9へ接続され、このコンピュータ・ユニット9を介してディスプレイ装置10、例えば監視画面へ接続される。可能性として、コンピュータ・ユニット9は、線11を介してローカル・データ・ネットワークへ接続されてよい。

【0040】上記のスペクトロメーターは、画像データを獲得し、画像をモニタ上で表示し、またコンピュータ

・ユニット9を介して画像データを処理することを可能にする。更に、画像データは、コンピュータ・ユニット9の中に記録及び記憶されることができる。画像データは、コンピュータ・ユニット9から検索され、必要とき、スペクトル又は分析データと一緒に最終的に処理される。更に、これらの画像データは、ローカル・ネットワークを介して他のコンピュータへ転送されることができる。

【0041】開示された上記のスペクトロメーターによって、プラズマから、またスペクトロメーター検出装置2の入射スリット3から、画像データを獲得することができる。

【0042】図2は、本発明に係るアキシャル形式の誘導結合高周波プラズマ光学放射スペクトロメーターを示す。

【0043】このアキシャル形式のスペクトロメーターは、図1に関連して説明されたスペクトロメーターと本質的に同じであるが、プラズマ装置1によって生成されたプラズマが、スペクトロメーター検出装置2の光学軸OAに関してアキシャル方向に配向されること、及びビデオカメラ7が、プラズマ生成装置1のエンクロージャに対して、スペクトロメーター検出装置2の光学軸に垂直な方向に取り付けられていることが異なる。もちろん、ビデオカメラ7は、プラズマがビデオカメラ7の焦点に位置するように、エンクロージャの中に配置されている。

【0044】明らかに、そのようなラジアル形式プラズマ・スペクトロメーターでは、ビデオカメラはスペクトロメーター検出装置の入射スリット3を撮像することはできない。その点を除いて、この実施形態は、図1の実施形態と同じように機能及び作動するであろう。

【0045】図2の実施形態におけるプラズマの軸位置によって、光学放射スペクトロメーターを質量スペクトロメーターで置換することができる。その場合、リレーレンズ6及び入射スリット3は、質量スペクトロメーターのダイアフラムによって置換されるであろう。その点を除いて、機能及び結果は同じになるであろう。

【図面の簡単な説明】

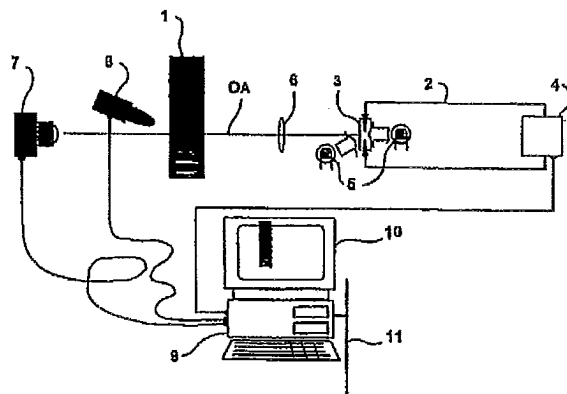
【図1】本発明に係るラジアル形式の誘導結合高周波プラズマ光学放射スペクトロメーターの略図である。

【図2】本発明に係るアキシャル形式の誘導結合高周波プラズマ光学放射又は質量スペクトロメーターの略図である。

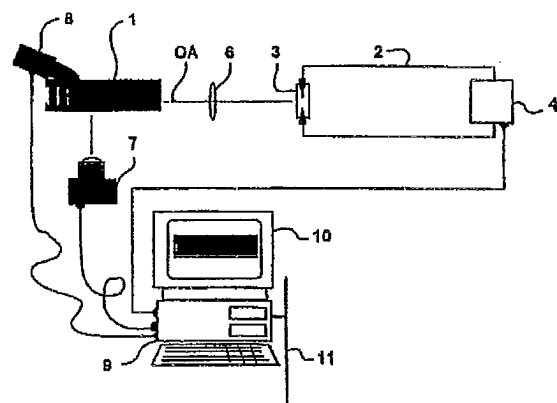
【符号の説明】

7…ビデオカメラ、9…コンピュータ・ユニット、10…ディスプレイ装置。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2G043 AA03 CA01 EA08 FA01 HA15
JA01 LA03 NA05 NA06